

PN : JP 06274954 19940930  
AN : JP 05215634 19930831  
PR : 5 28629 19930125 JP  
ICM : G11B- 11/10  
IN : FUKUDA KUNIO  
IN : TOKUNAGA KATSUSHI  
IN : TAWARA YOSHIO  
PA : SHIN ETSU CHEM CO LTD  
ET : PRODUCTION OF MAGNETO-OPTICAL RECORDING MEDIUM

PURPOSE: To obtain a production method for a magneto-optical recording medium having an amorphous SiNx film with refractive index  $n=2.2$  to  $3.3$  as a dielectric material film.

CONSTITUTION: This magneto-optical recording medium is produced by forming a first dielectric material film, magnetic film, second dielectric film and reflecting film formed on a transparent substrate. The first and second dielectric films consist of amorphous SiN films. When the amorphous SiNx films are formed by sputtering, a target of silicon nitride with addition of silicon having  $\leq 100 \Omega \cdot \text{cm}$  resistivity at room temp. is used.

COPYRIGHT: (C)1994, JPO&Japio  
Disk Number : MIJP9409PAJ

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-274954

(43)公開日 平成6年(1994)9月30日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

G 1 1 B 11/10

識別記号

庁内整理番号

A 9075-5D

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平5-215634

(22)出願日 平成5年(1993)8月31日

(31)優先権主張番号 特願平5-28629

(32)優先日 平5(1993)1月25日

(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72)発明者 福田 邦夫

神奈川県川崎市高津区坂戸3丁目2番1号

信越化学工業株式会社コーポレートリサ

ーチセンター内

(72)発明者 徳永 勝志

神奈川県川崎市高津区坂戸3丁目2番1号

信越化学工業株式会社コーポレートリサ

ーチセンター内

(74)代理人 弁理士 山本 亮一 (外1名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 光磁気記録媒体の製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 本発明は誘電体膜として屈折率が $n = 2.2 \sim 3.3$ である非晶質 $\text{SiN}_x$ 膜をもつ光磁気記録媒体の製造方法の提供を目的とするものである。

【構成】 本発明による光磁気記録媒体の製造方法は、透明基板上に第一の誘電体膜、磁性膜、第二の誘電体膜、反射膜の順で構成され、第一および第二の誘電体膜が非晶質 $\text{SiN}$ 膜で構成される光磁気記録媒体の製造方法において、スパッタリング法によって非晶質 $\text{SiN}_x$ 膜を成膜する際に、窒化けい素に抵抗率が室温において $100\Omega \cdot \text{cm}$ 以下であるけい素を添加したターゲットを用いて成膜することを特徴とするものである。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】透明基板上に第一の誘電体膜、磁性膜、第二の誘電体膜、反射膜の順で構成され、第一および第二の誘電体膜が非晶質SiN膜で構成される光磁気記録媒体の製造方法において、スパッタリング法によって非晶質SiN膜を成膜する際に、窒化けい素にけい素を添加したターゲットを用いて成膜することを特徴とする光磁気記録媒体の製造方法

【請求項2】けい素の添加量が5.0~50.0重量%である窒化けい素をターゲットとして用いる請求項1に記載した光磁気記録媒体の製造方法。

【請求項3】非晶質SiN膜の屈折率が $n=2.2\sim3.3$ である請求項1に記載した光磁気記録媒体の製造方法。

【請求項4】非晶質SiN膜の膜厚が5nm~40nmである請求項1に記載した光磁気記録媒体の製造方法。

【請求項5】窒化けい素に抵抗率が室温において $100\Omega\cdot\text{cm}$ 以下であるけい素を添加する請求項1に記載した光磁気記録媒体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は光磁気記録媒体の製造方法、特に誘電体膜として屈折率が $n=2.2\sim3.3$ である非晶質SiN膜をもつ光磁気記録媒体の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】近年、情報化社会の進展に伴って、高密度、大容量の記録媒体が要求されているが、なかでも光磁気ディスクは情報の書き換えができ、かつ、媒体を交換することができるために注目され、研究開発が続けられている。光磁気記録材料にはTbFeCo系に代表される希土類元素と鉄属元素との合金が広く用いられているが、この材料は大気中の酸素や水分により容易に腐食されてしまうために、上記記録材料にはその耐蝕性を改善するための保護層を設ける必要がある。さらに光磁気ディスクの膜構造はディスク基板上に無機化合物の保護膜、光磁気記録膜、無機化合物の保護膜、金属の反射膜を順次積層した4層構造とすることがディスク特性的にすぐれたものとなるとされている。

【0003】また、この無機化合物の保護膜には記録媒体の物理的保護に加えて、多重干渉を利用した磁気光学効果の増幅作用（カー回転角エンハンスメント）も要求されていることから、この保護膜には1）膜が緻密である、2）光学的に適当な屈折率を有している、3）記録膜と反応しない、4）ピンホールが少ないなどのことが要求される。また、耐熱、構造材料として知られている窒化けい素はその緻密性から薄膜として応用されており、薄膜としての窒化けい素である非晶質SiN膜は、上記の保護膜としての要求特性を満たしており、光磁気ディスク用保護膜として広く用いられている。

【0004】なお、この非晶質SiN膜（以下SiN膜とす

る）の成膜方法については、CVD法、スパッタリング法、反応性スパッタリング法などが知られているが、これには大面積に均一な膜が比較的容易に低温で得られるスパッタリング法が広く用いられている。このスパッタリング法によりSiN膜を成膜する場合、1）けい素ターゲットをアルゴンガスと窒素ガスとの混合ガスでスパッタリングする方法、2）Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>ターゲットをアルゴンガスでスパッタリングする方法が知られている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】上記のSiN膜の成膜方法において、1）けい素ターゲットをアルゴンガスと窒素ガスとの混合ガスでスパッタリングする方法では、図2に示したように窒素ガスの添加量を変えることによってSiN膜の屈折率を制御することができる。また、図3に示したようにSiN膜の屈折率が $n=2.2(633\text{nm})$ 以上であればSiN膜の単位面積当りの孔食の数を15以下に抑えることができるので、SiNの屈折率は $n=2.2$ 以上とすることが望ましい。さらに屈折率が $n=3.3$ 以上になると、SiN膜すなわち光磁気記録媒体の第一および第二の誘電体膜の透過率が減少するために、レーザーによる書き込みの際にレーザー光が誘電体を通して磁性膜に十分到達しないため、光磁気記録媒体の記録感度が低くなってしまうという欠点がある。

【0006】したがって、第一および第二の誘電体膜がSiN膜で構成される光磁気記録媒体においては、SiN膜の屈折率が $n=2.2\sim3.3$ の範囲であることが望ましい。ところが、屈折率が $n=2.2\sim3.3$ のSiN膜を得ようとした場合、図2に示したようにスパッタリングガス中の窒素添加量のわずかな変動で屈折率が変化してしまい、安定して一定の屈折率のSiN膜を得ることが困難となり、けい素ターゲットをアルゴンガスと窒素ガスの混合ガスでスパッタリングする方法では、成膜条件の多少の変動に対しても安定した屈折率のSiN膜が得られるのは $n=2.0$ 付近に限られてしまう。さらにスパッタリング装置のガス供給はアルゴンガスと窒素ガスの2種類のガスを供給しなければならず、成膜装置が複雑かつ高価なものになるという欠点がある。

【0007】つぎに、2）Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>ターゲットをアルゴンガスでスパッタリングする方法においては、スパッタガスがアルゴンガスのみなので1）の成膜法のようなガス組成の変動による屈折率の変動はなく、安定して一定の屈折率をもつSiN膜が得られ、成膜装置も簡単なものとなる。しかし、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>ターゲットは絶縁体なのでスパッタリング法で成膜する場合には高周波スパッタリングによらなければならないことがわかっている。この高周波スパッタリング法は直流スパッタリング法に比べて成膜速度が遅く、かつ電源装置が高価になるという欠点があるため、SiN膜の生産性が直流スパッタリングに比べて劣っている。すなわち、屈折率が $n=2.2\sim3.3$ のSiN膜を得ようとしても、1）の方法では屈折率の安定した

ものが得られず、2)の方法では $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜の作製の際に十分な生産性が得られないという問題点がある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明はこのような不利、問題点を解決した光磁気記録媒体の製造方法に関するものであり、これは透明基板上に第一の誘電体膜、磁性膜、第二の誘電体膜、反射膜の順で構成され、第一および第二の誘電体膜が $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜で構成される光磁気記録媒体の製造方法において、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜をスパッタリング法によって成膜する際に、窒化けい素にけい素を混合したスパ

ッタリング用ターゲットを使用することを特徴とするものである。  
【0009】すなわち、本発明者らは屈折率が $n = 2.2 \sim 3.3$ で、かつ $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜を再現性、生産性のすぐれた成膜法で成膜すべく開発を進めた結果、スパッタリング法による $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜の成膜において、このスパッタリング用ターゲットを $\text{Si}_3\text{N}_4$ に抵抗率が室温において $100\Omega \cdot \text{cm}$ 以下であるけい素を添加したものとすると、屈折率が $n = 2.2 \sim 3.3$ の $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜が再現性よく得られることを見出すと共に、直流スパッタリング法で $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜が作成可能なので、高周波スパッタリング法に比べて成膜速度が速く、かつ電源が簡素化でき、成膜装置が安価に作製できる、すなわち生産性の高い方法であることを確認して本発明を完成させた。以下にこれをさらに詳述する。

【0010】

【作用】本発明は光磁気記録媒体の製造方法に関するものであり、これは透明基板上に第一の誘電体膜、磁性膜、第二の誘電体膜、反射膜の順で構成され、第一及び第二の誘電体膜が $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜で構成される光磁気記録媒体の製造方法において、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜をスパッタリング法によって成膜する際、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ に抵抗率が室温において $100\Omega \cdot \text{cm}$ 以下であるけい素を添加したスパッタリング用ターゲットを使用することを特徴とするものであるが、これによれば $\text{Si}_3\text{N}_4$ にけい素を混合したものをスパッタリング用ターゲットとして使用するので、直流スパッタリング法による $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜の作成が可能となり、高周波スパッタリング法に比べて、1)成膜速度が速い、2)電源を簡素化でき、成膜装置が安価に作製できるという有利性が与えられる。

【0011】本発明は第一および第二の誘電体膜が $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜で構成される光磁気記録媒体において、この $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜をスパッタリング法で成膜するときのスパッタリング用ターゲットに関するものであるが、このスパッタリング用ターゲットは直流スパッタリング法でこのターゲットを用いて成膜した $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜の屈折率が $n = 2.2 \sim 3.3$ とすることから、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ に抵抗率が室温において $100\Omega \cdot \text{cm}$ 以下であるけい素を添加したものを使用するものとされる。

【0012】すなわち、本発明で第一および第二の誘電体膜を直流スパッタリング法で成膜させるスパッタリン

グ用ターゲットは $\text{Si}_3\text{N}_4$ に抵抗率が室温において $100\Omega \cdot \text{cm}$ 以下であるけい素を添加したものとされるのであるが、この $\text{Si}_3\text{N}_4$ に含まれるけい素の量は重量比で5%~50%とすればよい。これは、スパッタリング用ターゲットを $\text{Si}_3\text{N}_4$ に抵抗率が室温において $100\Omega \cdot \text{cm}$ 以下であるけい素を添加したものとし、これを用いて $0.67\text{Pa}$ に保持した室内で、高周波または直流スパッタリング法で $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜を作製する際の成膜速度を調べたところ図1に示す様な結果が得られた。これより、けい素の添加量が30%~40%に於ては、1)Siの添加量が比較的多いので直流スパッタリングに必要な低い抵抗率が得られ、2)成膜速度が速く十分な生産性が得られることより、けい素の添加量は30%~40%のものとすることが好ましいものであることがわかった。

【0013】また、透明基板上に第一の誘電体膜、磁性膜、第二の誘電体膜、反射膜の順で構成される光磁気記録媒体の第一及び第二の誘電体膜である $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜の屈折率は、前述したように、孔食の数が少なく、光磁気記録媒体の記録感度が実用上十分な値が得られる、屈折率 $n = 2.2 \sim 3.3$ の範囲にあることが望ましい。更に、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜の膜厚は、5nm以下では磁性膜の保護膜としての役目を果たすことができず、40nm以上であると十分な透過率が得られないので記録感度の悪い光磁気記録媒体しか得られない。以上のことより $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜の膜厚は5nm~40nmの範囲とすることが望ましい。

【0014】さらに、抵抗率が室温において $100\Omega \cdot \text{cm}$ 以下であるけい素は、けい素にB、Al、Ga、In、Li、Sb、P、As、Biのいずれかの元素を意識的に添加することによって得られるものである。

【0015】

【実施例】つぎに本発明の実施例、比較例をあげる。  
実施例、比較例

$\text{Si}_3\text{N}_4$ に、ボロンを添加して抵抗率を $0.001 \sim 0.01\Omega \cdot \text{cm}$ としたけい素を重量比でa)20%、b)30%、c)40%添加したもの、また、d)けい素を添加しないものから、直径3"φ、厚さ4mmの $\text{Si}_3\text{N}_4$ -けい素混合スパッタリング用ターゲットを作製した。そして、a)~d)の抵抗率を4端子法で測定したところ以下のような結果を得た。

- a) Si : 20% →  $100.0 \sim 150.0\Omega \cdot \text{cm}$
- b) Si : 30% →  $10.0 \sim 15.0\Omega \cdot \text{cm}$
- c) Si : 40% →  $0.3 \sim 0.4\Omega \cdot \text{cm}$
- d) Si : 0% → 測定不可

【0016】次に、この4種類のスパッタリング用ターゲットを使用し、それぞれ、パワー100W、200W、300W；成膜圧力 $0.67\text{Pa}$ という条件でコーニング社製#7059ガラス基板上に高周波スパッタリング法にて成膜を行なった。そして触針法にて膜厚を測定し、a)~d)のターゲットの成膜速度を得た。またb)、c)のターゲットを用いて直流スパッタリング法にて、パワー100

W、200W、300W；成膜圧力0.67Paという条件で同様に成膜速度を求めた。各種条件での成膜速度を図1に示す。また、a)～d)のターゲットから得られたSiN<sub>x</sub>膜の屈折率（及び膜厚）は次のようになった。

a) Si:20%→ $n=2.200$  (633nm、膜厚39nm)

b) Si:30%→ $n=2.675$  (633nm、膜厚31nm)

c) Si:40%→ $n=2.763$  (633nm、膜厚30nm)

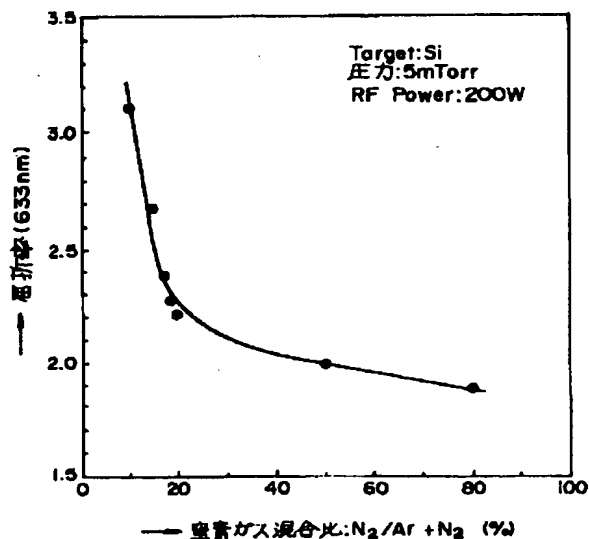
d) Si:0%→ $n=2.289$  (633nm、膜厚37nm)

【0017】さらに、本発明の実施例である光磁気記録媒体として、直径3.5"のポリカーボネート基板上に、第一の誘電体膜としてSiN<sub>x</sub>膜、この上に厚さ13nmのTbFeCo磁性膜と、第二の誘電体膜としてのSiN<sub>x</sub>膜、さらに厚さ60nmのアルミニウム反射膜を順次スパッタリング法で形成して、光磁気記録媒体を作製した。なお、第一及び第二の誘電体膜は、前述したc):Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>に、ボロンを添加して抵抗率を0.001～0.01Ω・cmとしたけい素を重量比で40%添加したものをターゲットとして用い、直流スパッタリング法にて成膜を行なった。ここに、第一の誘電体の膜厚は19nm、第二の誘電体の膜厚は、19nmである。また、比較例である光磁気記録媒体として、前述した光磁気記録媒体の第一及び第二の誘電体膜をSiターゲットでAr:N<sub>2</sub>=1:1の混合ガスを持ちてスパッタリング法により成膜したものを用意した。ここに、第一の誘電体の膜厚は32nm、第二の誘電体の膜厚は、32nmである。次にこのようにして得られた2つの光磁気記録媒体について、記録における最適記録パワーとC/N値を測定したところ次のような結果が得られた。

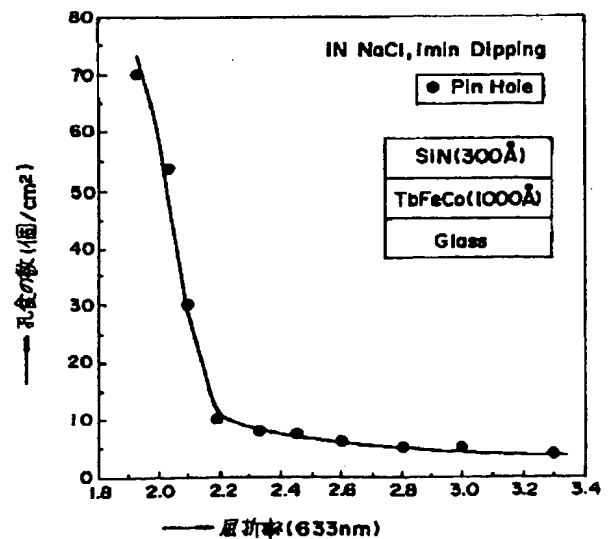
	実施例	比較例
記録パワー (mW)	6.5	7.0
C/N (dB)	58.0	56.0

測定条件

【図2】



【図3】



波長 780nm  
回転数 1800rpm  
Duty 33.0%  
周波数 3.70MHz  
測定位置  $r=24\text{mm}$

【0018】

【発明の効果】本発明は、光磁気記録媒体の製造方法に関するものであり、これは前記したように透明基板上に第一の誘電体膜、磁性膜、第二の誘電体膜、反射膜の順で構成され、第一及び第二の誘電体膜がSiN<sub>x</sub>膜で構成される光磁気記録媒体の製造方法において、スパッタリング法によってSiN<sub>x</sub>膜の成膜する際、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>に抵抗率が室温において100Ω・cm以下であるけい素を添加したターゲットを用いて、直流スパッタリング法でSiN<sub>x</sub>膜を成膜するものであるが、これによれば屈折率 $n=2.2\sim 3.3$ のSiN<sub>x</sub>膜を、1)成膜速度が速く、2)成膜装置が安価に作製できるという生産性にすぐれた方法で光磁気記録媒体を製造することができるという有利性が与えられる。

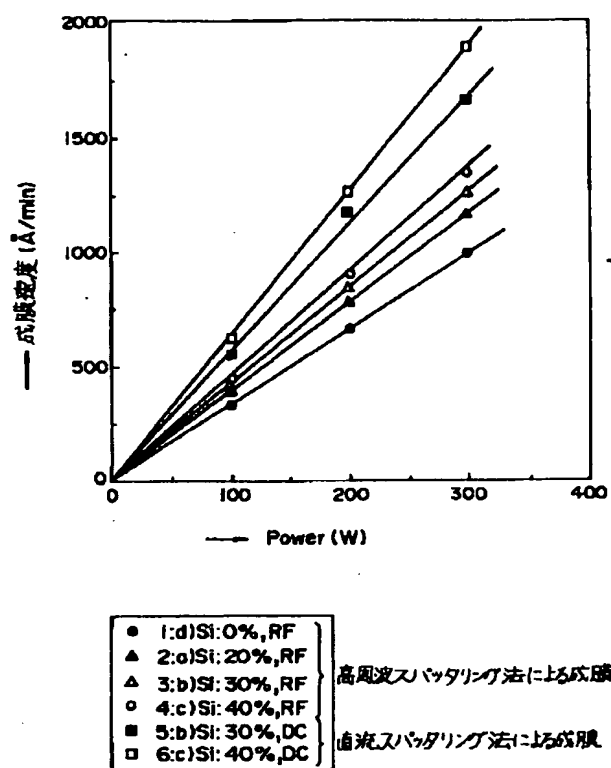
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例のa)、b)、c)、d)で得られたSiN<sub>x</sub>膜の成膜速度と成膜パワーの関係を示したものである。

【図2】けい素ターゲットを用いてSiN<sub>x</sub>膜を成膜するときのArガスとN<sub>2</sub>ガスの混合比と得られた膜の屈折率との関係を示したものである。

【図3】ガラス基板上にTbFeCo膜(100nm)、SiN<sub>x</sub>膜(30nm)を順次成膜したサンプルを1N塩水に一分間浸した後のSiN<sub>x</sub>膜の孔食の数と屈折率の関係を示すものである。

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 俵 好夫  
 神奈川県川崎市高津区坂戸3丁目2番1号  
 信越化学工業株式会社コーポレートリサ  
 ーチセンター内

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**